

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-114547

(43) 公開日 平成8年(1996)5月7日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 1 N 21/43

21/01

C

審査請求 未請求 請求項の数11 F D (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平6-273147

(22) 出願日 平成6年(1994)10月13日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー

東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 大久保 秀一

埼玉県戸田市新曽南三丁目17番35号株式会

社ジャパンエナジー内

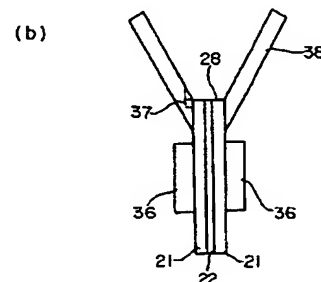
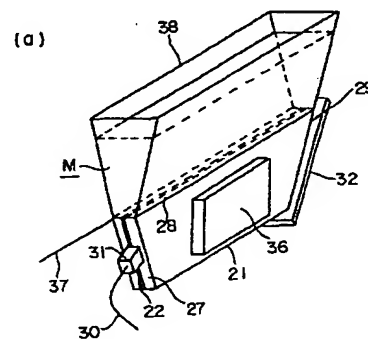
(74) 代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 油種判別センサ

(57) 【要約】

【目的】 小型の、安価なそしてオンライン可能な全反射型高精度屈折率センサに基づく油種判別センサの開発。

【構成】 基板上にクラッド/コア/クラッド或いは導波ガラス22を基板21間に挟んだ導波構造の導波層を具備し、導波層に広がり角度を有する光を入射する光ファイバ10のような光入射手段と接続される光入射面27と、該光入射手段からの広がり角度を有する入射光を全反射/透過しそして被検体油Mとの接触面を構成する検出面28と、検出面からの反射光を出力しそしてCCD光センサのような光検出手段と接続された光出射面29と、検出面における油の温度を制御する温度制御手段36と、検出面における油の温度を検出する温度検出手段37とを備える。被検体油の屈折率を相当する検出面からの全反射光の存在により検出する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上にクラッド／コア／クラッドなる導波構造の導波層を具備し、該導波層に広がり角度を有する光を入射する光入射手段と接続される光入射面と、該光入射手段からの広がり角度を有する入射光を全反射／透過しそして被検体油との接触面を構成する検出面と、該検出面からの反射光を出力しそして光検出手段と接続された光出射面と、検出面における油の温度を制御する温度制御手段と、検出面における油の温度を検出する温度検出手段とを備え、前記被検体油の屈折率を相当する検出面からの全反射光の存在により検出することを特徴とする、油種を屈折率により判別する油種判別センサ。

【請求項2】 導波ガラスを基板間に挟んだ導波構造の導波層を具備し、該導波層に広がり角度を有する光を入射する光入射手段と接続される光入射面と、該光入射手段からの広がり角度を有する入射光を全反射／透過しそして被検体油との接触面を構成する検出面と、該検出面からの反射光を出力しそして光検出手段と接続された光出射面と、検出面における油の温度を制御する温度制御手段と、検出面における油の温度を検出する温度検出手段とを備え、前記被検体油の屈折率を相当する検出面からの全反射光の存在により検出することを特徴とする、油種を屈折率により判別する油種判別センサ。

【請求項3】 光入射手段が光ファイバであり、単一の光ファイバが光入射面に接続される請求項1乃至2の油種判別センサ。

【請求項4】 光入射手段が光ファイバであり、入射角を異にするが全体として連続した入射角範囲を構成する複数の光ファイバが光入射面に接続される請求項1乃至2の油種判別センサ。

【請求項5】 光入射面からの入射光が検出面に直接入射し、該検出面において全反射／透過し、該検出面からの反射光が直接出射面に至る1回反射型の請求項1～4項のいずれか一項の油種判別センサ。

【請求項6】 光入射面からの入射光が検出面に入射するまでに1回以上全反射された後該検出面に入射し、該検出面において全反射／透過し、該検出面からの反射光がそのまま或いは1回以上全反射された後出射面に至る複数回反射型の請求項1～4項のいずれか一項の油種判別センサ。

【請求項7】 光ファイバからの広がり角度を光ファイバの端面形状を加工するか、導波層レンズを光入射面に隣り合って或いは導波層内部或いは光出射面近くに設けるか、或いは検出面を凹状加工或いは凸状加工することにより調整することを特徴とする請求項1～6項のいずれか一項の油種判別センサ。

【請求項8】 光検出手段が、CCD光センサ又はCCD光センサアレイからなることを特徴とする請求項1乃至2の油種判別センサ。

【請求項9】 光検出手段が直線補間法、多次曲線補間法或いはフィッティング法を用いて明暗境界を判別する計測・演算部を有する請求項8の油種判別センサ。

【請求項10】 複数の光ファイバを使用し、それぞれの光ファイバの光軸の交点を導波層の出射面または被検体の接触面上の一点で交わるようにした請求項8の油種判別センサ。

【請求項11】 3～5桁の測定精度を有する導波型屈折率計を使用してリアルタイム／オンラインで被検体油の屈折率及び温度を測定する段階と、測定した屈折率を基準温度に温度補正する段階と、温度補正した屈折率を基準温度における油種の屈折率を表示する屈折率テーブルと照合して被検体油の油種を判定する段階と、判定した油種を表示する段階とを包含する油種判定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、油種判別センサに関するものであり、特に導波構造の導波層を具備するコンパクトで且つ高精度の全反射型屈折率センサを使用する油種判別センサ及びそれを使用する油種判定方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ガソリンスタンド、油槽所、タンクローリーにおいて油の受入れや払出しが行われている。扱われる油の種類には、大きく分けて重油、軽油、ガソリン等があり、それぞれに各種の製品がある。例えば、夏用軽油として2号軽油そして冬用軽油として3号軽油等が販売されている。これら油の受入れや払出しに際して、誤積載が生じ問題となることがある。その誤積載に対する対策として、コンピュータによる払出しシステムが採用されているが、最終的には作業員の注意力に頼っており、安全な対策とはいえない。しかしながら、各種添加剤の添加による油種の増加、油の受入れや払出しの効率化、省力化にともない油種判別センサの導入による確実なシステムの構築が求められている。

【0003】 油種判別センサとしては、屈折計が考慮される。工業上、例えば物質の同定、溶液濃度の測定、液体混合物濃度の測定、特定の物質への汚染物質濃度の測定、溶液中の析出物乃至沈殿物の発生の監視、液体中での反応状態の監視、重合反応の程度の監視などを含めさまざまな分野で屈折計が使用されている。一例を挙げると、石油工業において目的とする石油製品中への他の成分の混入濃度を調べるため、例えばオクタンの製造に際して混入する可能性のあるブタンの濃度を調べるために屈折率が製造現場で測定されている。オクタンの屈折率は1.39であり、そしてブタンの屈折率はそれより若干低い1.34である。ブタンがオクタン中に混入すると純粋なオクタンのみの場合に比較して屈折率がその混合率に応じて下がるので、屈折率の測定からブタンの混入率を知ることができる。この他にも、飲料食品では原

液（シロップ）と水とのミキシングコントロール、ポリマーの重合工程コントロールにプロセス屈折計が使用されている。薬品、香料、油脂、醸造品、界面活性剤等の分野でも屈折計が用いられている。しかしながら、ガソリンスタンド、油槽所、タンクローリーにおける油の受入れや払出し現場での油種判別センサとして屈折計が採用されたことはない。これは、小型で、安価で、そしてオンライン可能なそして揮発度の高い油専用のセンサが開発されていないという事実によると思われる。

【0004】屈折率の測定には幾種かの屈折計が知られている。アッペの屈折計は2個の直角プリズムの向かい合う斜面の間に測定せんとする液体を挟み、0.1mm程度の液体層を形成し、臨界角に相当する出射角を測定するものである。しかし、このアッペ屈折計は透過型であるので、濃着色試料に対しては使用できず、また試料の屈折計への面倒な注入を必要とし、実際の製造現場での連続的な監視目的の使用に実用的でない。また、揮発の激しいサンプルはサンプル量を少量しか使わないアッペ屈折計ではすぐに無くなってしまい測定できない。

【0005】こうした透過型屈折計に代わる全反射型屈折計として、例えば米国エレクトロマシーン社から潤滑油等を対象としてSSR-72の型名での屈折濃度計が販売されている。これは、光源からの光を集光レンズを通して平行光とし、うず巻き状スリットになったスキャナのモータによる回転により集光レンズ上を走査し、測定せんとする流体との接触面を有するバルクプリズムに光を入射し、反射光を検出部で測定するものである。即ち、臨界角より小さい角度で入射した光は測定溶液中に屈折するが、臨界角より大きい角度で入射した光はプリズム面で全反射して検出部の方へ差し向けられる現象を利用したものである。

【0006】また、ATAGO社からプロセス屈折計PRMシリーズとしてバルクプリズムを利用した屈折計が販売されている。そのカタログNo. 3621、3670から検出部ブロックダイアグラムを転載したのが第14図である。ここでは、検出部はプロセスラインの一部に設置され、配管内を流れる内容液の屈折率を検出する。タングステンランプ或いはハロゲンランプのような光源50から放出された光はバルクプリズム51に入射される。バルクプリズムは台形であり、光は一側面で反射されサンプル液と接触する検出面52で透過するか或いは全反射し、全反射した場合には、反射光はレンズを通して受光器53を通して電気回路54に出力される。電気回路には、サーミスタ55、56及び湿度センサー57並びに電源回路58が接続され、屈折率出力、温度出力、各種アラーム出力を出力しうようになっている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記SSR-72型屈折濃度計は、光源、モーター駆動ビームスキャ

ン機構、集光レンズ、バルクプリズム、ディテクタなどを必要とし、装置の小型化ができず、現場での使用に不便であり、また熱容量が大きい。更には、可動部分があるので装置の操作及びメンテナンスに配慮を要する。ATAGO社のプロセス屈折計はやはりランプ光源及びバルクプリズムを使用し、装置の小型化をなし得ない。バルクプリズムを使用する場合、熱容量が大きく、熱的に安定するまでに時間がかかり、測定時間が長くなり、油の現場測定には適しない。バルクプリズムでは、光が広がり、検出が困難となる。光源としてランプ光源を用いる場合には、視差が生じ、検出端（境界）がぼけ、測定精度が低下する。油種の判別には、少なくとも少数点以下3.5桁、好ましくは小数点以下5桁の精度を確保する必要がある。

【0008】本発明の課題は、バルクプリズムやランプ光源を必要としない小型の、安価なそしてオンライン可能なそして油種判別に適した、全反射型高精度屈折率センサとしての油種判別センサを開発することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、基板上にクラッド/コア/クラッド導波構造或いは導波ガラスを基板間に挟んでなる導波構造の導波層を使用する全反射型屈折率センサ原理に基づくセンサを油種判別センサとして使用することを想到し、試作の結果、良好な動作性能を確認した。

【0010】こうした知見に基づいて、本発明は、

(1) 基板上にクラッド/コア/クラッドなる導波構造の導波層を具備し、該導波層に広がり角度を有する光を入射する光入射手段と接続される光入射面と、該光入射手段からの広がり角度を有する入射光を全反射/透過しそして被検体油との接触面を構成する検出面と、該検出面からの反射光を出力しそして光検出手段と接続された光出射面と、検出面における油の温度を制御する温度制御手段と、検出面における油の温度を検出する温度検出手段とを備え、前記被検体油の屈折率を相当する検出面からの全反射光の存在により検出することを特徴とする油種を屈折率により判別する油種判別センサ及び(2) 導波ガラスを基板間に挟んだ導波構造の導波層を具備し、該導波層に広がり角度を有する光を入射する光入射手段と接続される光入射面と、該光入射手段からの広がり角度を有する入射光を全反射/透過しそして被検体油との接触面を構成する検出面と、該検出面からの反射光を出力しそして光検出手段と接続された光出射面と、検出面における油の温度を制御する温度制御手段と、検出面における油の温度を検出する温度検出手段とを備え、前記被検体油の屈折率を相当する検出面からの全反射光の存在により検出することを特徴とする油種を屈折率により判別する油種判別センサを提供する。

【0011】光入射手段を光ファイバとし、単一の光ファイバ若しくは入射角を異にするが全体として連続した

入射角範囲を構成する複数の光ファイバを光入射面に接続することができる。また、本発明の油種判別センサは、(1) 光入射面からの入射光が検出面に直接入射し、該検出面において全反射/透過し、該検出面からの反射光が出射面に至る1回反射型構造或いは(2) 光入射面からの入射光が検出面に入射するまでに1回以上全反射された後該検出面に入射し、該検出面において全反射/透過し、該検出面からの反射光がそのまま或いは1回以上全反射された後出射面に至る複数回反射型構造として具現することができ、特に複数回反射型の一例として(3) 光入射面と光出射面とが検出面と平行な同一面の光入射/出射面として構成され、該光入射/出射面の光入射位置からの入射光が一侧辺で全反射された後検出面に入射し、該検出面において全反射/透過し、該検出面からの反射光が一侧辺において全反射された後前記光入射/出射面の光出射位置に至る3回反射型構造を挙げることができる。

【0012】更には、(イ) 光ファイバからの広がり角度を光ファイバの端面形状を加工することにより調整することができ、(ロ) 導波層レンズを光入射面に隣り合っており或いは導波層内部或いは光出射面近くに設けることができ或いは(ハ) 検出面を凹状加工或いは凸状加工することにより屈折率範囲を調整することができる。光検出器としては、CCD光センサ又はCCD光センサアレイの使用が好ましい。光検出手段が直線補間法、多次曲線補間法或いはフィッティング法を用いて明暗境界を判別する計測・演算部を有することが推奨される。

【0013】本発明はまた、3～5桁の測定精度を有する導波型屈折率計を使用してリアルタイム/オンラインで被検体油の屈折率及び温度を測定する段階と、測定した屈折率を基準温度に温度補正する段階と、温度補正した屈折率を基準温度における油種の屈折率を表示する屈折率テーブルと照合して被検体油の油種を判定する段階と、判定した油種を表示する段階とを包含する油種判定方法をも提供する。

【0014】

【作用】油種判別センサの動作原理は全反射型屈折率センサの動作原理、即ち、屈折率の異なる媒質1(屈折率 n_1)から媒質2(屈折率 n_2)へとその境界面に入射した光線はいわゆるスネル(Snell)の法則に従って屈折するが、 $\sin \theta_c = n_2 / n_1$ で定まる臨界角 θ_c 。

(度)より大きな角度で入射した光は完全に反射されるという原理に基づくものである。光入射面に接続された光ファイバ或いは発光素子からの出射光は固有の広がり(±Δ)(度)を有しており、その広がりを保ったまま導波層を通過して被検体である油と接触する検出面に中心入射角α度を中心とした或る広がり(α±Δ)(度)を持って到達する。従って、被検体油の臨界角 θ_c が(α±Δ)の間にあれば、被検体油の臨界角 θ_c を境にその反射条件が異なることから、光出射面における光の強度

を例えばCCD光センサのような光検出器で測定して明暗境界位置を判別することにより被検体油の屈折率を測定することが可能となる。明暗境界とは全反射部分とそうでない透過・反射部分との境である。中心入射角αを測定しようとする被検体油の臨界角 θ_c 、乃至その近傍になるよう適当に選んでやれば、臨界角 θ_c に相当する臨界屈折率を中心とする所望の屈折率範囲1.30～1.50を計測することができる。クラッド/コア/クラッドなる成膜構造の導波層を基板で挟んだ構造体又は導波ガラスを基板で挟んだ構造体からなる導波構造と光ファイバや発光素子とレーザ光源の組合せにより屈折率センサを非常に小型の高精度のものとすることができる。短時間で熱的に安定するので、測定時間が短くてすむ。光源としてレーザ光を用いることにより検出端のぼけの大きさを小さくできることに加え、導波構造とすることによって導波モード側の光拡散を防止し、出射端の光強度を向上させることができる。これにより、CCDなどの光検出装置を利用することが可能となり、明暗境界の精密な判別を通して測定精度を向上することができる。また、複数の光ファイバを導波層の入射側に取付け、それぞれの光ファイバに個別に測定範囲を持たせ、それを重ね合わせるにより、測定精度の低下なく測定範囲を広げることができる。小数点以下5桁まで測定できるので、常用の油をその屈折率により完全に判別できる。

【0015】

【発明の具体的な説明】図1及び図2(a)は、本発明に従う油種判別センサの原理を説明するため、そのセンサヘッド部分の一具体例の主要部の斜視図及び上面図である。油種判別センサはここでは、基板上にクラッド/コア/クラッドなる導波構造の導波層を形成するように基板1上にクラッドガラス2、コアガラス3及びクラッドガラス4を成膜し、更に接着剤5を介して基板6を貼り付けた成膜構造体である。下部基板1及び上部基板6は代表的にはSi製である。コアの屈折率は全反射条件を満たせばよく、1.5以上であれば可能であり、1.6～2.2の範囲が好ましい。サファイア(屈折率:1.8)、リチウムナイオベート(屈折率:2.1)等を用いることができる。従って、クラッド/コア/クラッドなる導波構造は、 SiO_2 /サファイア/ SiO_2 、 SiO_2 / LiNbO_3 / SiO_2 等が使用される。この成膜構造は、真空蒸着、CVD、スパッタリング等の慣用の成膜技術により成膜される。接着剤としては例えばエポキシ樹脂が使用される。

【0016】この成膜構造体は、クラッド/コア/クラッドガラス部分2、3及び4により形成される導波層に光を入射するための光入射面7と、入射光を反射/透過しそして被検体油Mとの接触面を構成する検出面(図1の背後の面、図2(a)参照)8と、反射光を出力する光出射面9とを備えている。検出面8が被検体油Mと接触せしめられる。この具体例は光ファイバからの入射光

が検出面で反射されて光出射面に到達するから1回反射型屈折率センサと呼ばれる。

【0017】光入射面7は光源と接続されたシングルモード光ファイバ或いはLEDやLDの発光素子から構成される光入射手段、ここでは光ファイバ10がアレイ11を通して直接接続される。光ファイバは、例えばGaAs-AlGaAsのような半導体レーザ、He-Neレーザのような光源に接続される。光出射面9には複数の光検出器やCCD光センサ、複数の光検出器に接続された光ファイバのような光検出器（第1図では省略、図2参照）12が接続される。これら光源は、当該光源からの出射光の入射角が導波層における目的の屈折率範囲となるように導波層に接続される。光検出器12には、検出した光の明暗境界を一層正確に判別するために計測・演算部（第1図では省略、図2参照）14を設置することが好ましい。これら光検出器12、信号線13及び計測・演算部14が光検出手段15を構成する。

【0018】温度制御手段16は、検出面に接触する被検体油を所定の温度に冷却または加熱するもので、センサヘッド部に密接して配置される。具体的な例としては、ヒートシンク上に載置されたペルチェ素子や循環冷媒による熱交換器やクライオスタット等が使用できる。温度検出手段17として、白金抵抗体や熱電対がセンサヘッド部に取付けられる。これらはセンサヘッド部を正確に温度制御するために計測・演算部14に接続される。

【0019】図2(a)は、図1のコアガラス導波層における導波の様相を示す。光入射手段としての光ファイバ10からの光は光ファイバアレイ11を通して光入射面7の光入射位置7'に入る。光ファイバからの出射光は光ファイバの伝送特性であるモード分布に従い約4〜8度広がるから、そこから約4〜8度の広がり $\pm\Delta$ を保って導波層を通過して被検体油Mと接触する検出面8に中心入射角 α を中心とした或る広がり $(\alpha\pm\Delta)$ を持って到達する。その到達点の中央をBそして両端をA及びCとして示す。光が検出面から全反射されたとなると、点A、B及びCからの光は光出射面9にそれぞれ光出射位置9'としての点D、E、Fにおいて到達する。CCD光センサアレイのような光検出器12が点D〜E〜F間の出射光を検出する。出射光の明暗境界を正確に判別するために信号線13が計測・制御部14に接続される。これら光検出器12、信号線13及び計測・演算部14が光検出手段15を構成する。

【0020】油種判別目的では、常用の油は、例えば20℃において1.3〜1.5の範囲の屈折率を有するから、この範囲からの全反射光を例えばCCD光センサ出射位置において捕らえることができるようにすればよい。図2(b)はCCD光センサ出射位置と全反射条件を示すグラフである。ここでは、1.320〜1.500の範囲の屈折率を検出することができる。例えば、灯

油、2号軽油、3号軽油、A重油1号の屈折率はそれぞれ1.434、1.471、1.455及び1.491である。小数点以下3.5桁、好ましくは5桁の精度があれば油種の判別が可能である。

【0021】別様には、光導波構造は、導波ガラスを基板で挟んだ構造体とすることができる。この場合には、基板には、熱伝導性の良いSiや金属等、導波ガラスには高屈折率の光学ガラス等のガラス若しくはサファイア、LiNbO₃等の光学結晶やランタン重フリント系ガラス(LASF)を用いる。接着剤としては例えばエポキシ樹脂が使用される。光源と接続された光ファイバまたはLEDやLDの発光素子が直接接続される。その他の点では上記と同様にして使用される。この光導波構造を持つ油種判別センサの実用例を図3(a)及び(b)に示す。図3(a)及び(b)に示すように、基板21に導波ガラス22をサンドイッチ形に挟み込み、エポキシ系接着剤で貼り合せる。光入射面27、検出面28及び光出射面29が図示の通り構成される。温度制御手段36としてヒートシンクを載置したペルチェ素子が側面両側に取付けられ、センサヘッド接液面近傍に温度検出手段37として白金測温抵抗体が取付けられる。入射光ファイバ30がアレイ31を通して光入射面に取付けられそして光検出素子としてのCCD素子32が光入射面及び光出射面にそれぞれ取付けられる。明暗境界を求めるために、CCD素子に接続して計測・演算部（図示省略）を設け、参照光と測定光を演算処理して明暗強化を求めることで屈折率を求め、油種を判別する。検出面上に開口部の拡大した被検体油受容部38を構成するようシリコン板、銅板などの伝熱係数の高い材料がボックス状に封着される。

【0022】図4は、図1〜3の1回反射型屈折率センサの具体例とは異なり、複数回反射型の一例として3回反射型の本発明屈折率センサのコアガラス導波層の具体例を示す。参照番号は図2と同じ部分には同じ番号を付してある。この場合は、光入射面と光出射面とを検出面と平行な同一の光入射/出射面7、9とすることができる。光ファイバ10からの光は光ファイバアレイ11を通して光入射/出射面7、9の光入射位置7'に入る。光ファイバからの出射光は約4〜8度自然に広がるから、そこから約4〜8度の広がりを保って導波層をほぼ垂直に通って対面する側面に点P₁、P₂、P₃において到達し、そこから全反射されて被検体油Mと接触する検出面8にP₄、P₅、P₆において入射角 α を中心とした或る広がり $(\alpha\pm\Delta)$ を持って到達する。検出面から、光は全反射されたとなると、隣り合う側面でP₇、P₈、P₉に達し、全反射され、光は光入射/出射面7、9にそれぞれ出射位置9'としての点D、E、Fにおいて到達する。先の具体例と同じく、CCD光センサアレイのような光検出器12が点D〜E〜F間の出射光を検出する。信号線13が計測・演算部14に接続され

る。光検出器12、信号線13及び計測・演算部14が光検出手段15を構成する。

【0023】3回反射型とするメリットして、以下の点が挙げられる：

(1) 光を検出面で折り返す構造なので、1回反射型と同程度のセンサヘッドの大きさでも、光路長を2倍程度にできる。それ故に、CCD光センサアレイへの光の出射幅が広がるので、測定の分解能が向上する。

(2) 光が光入射面を垂直に入射しそして光出射面から垂直に出射する構造なので、入射面と出射面とを同一面とすることができ、入射光ファイバ及び光ファイバアレイとCCD光センサアレイとを検出面とは離して同一側に設けることができるので、全体としてコンパクトな構造となる。入力・出力部と検出部とを離せることはシステム設計に便宜である。

(3) 検出面の温度制御を行う場合、入射光ファイバ及び光ファイバアレイとCCD光センサアレイとが検出面の反対側にある3回反射型の方が制御を容易に行える。

【0024】上記の3回反射型センサでは、光入射面からの入射光は検出面に入射する前後で1回ずつ全反射されているが、検出面に入射する前に2回全反射させてから検出面に入射させ、検出面からの反射光をそのまま出射面に至らしめるような複数回反射型センサのバリエーションも可能である。

【0025】本発明は光ファイバの出射光の広がり角度を利用するものであるが、広がり角度は、例えば光ファイバの端面形状を半球レンズ状や先球テーパー状に熔融加工やエッチングによって加工することにより変更することができるし、また光ファイバ型レンズ／セルフオックレンズ等の導波層レンズを光入射面に隣り合っ

て或いは導波層内部或いは光出射面近くに設けることによって広い範囲で調節することができる。更に、検出面を凹状加工することにより屈折率範囲を広げることができるし、或いは凸状加工することにより屈折率範囲を狭めることもできる。光ファイバとしては、シングルモード光ファイバの利用が最も高い精度を確保できる。

【0026】測定範囲を広げるには、上記の通り、

(1) 光ファイバの端面形状を加工し、光ファイバの広がり角を大きくすること、(2) 光ファイバと光入射面との間に、導波層レンズを入れ光ファイバの広がり角を大きくすること、(3) 検出面を凹状加工すること等の手段が考えられる。しかし、(1)、(2)のように光ファイバの出射光の広がり角(±Δ)を大きくすると、出射光の幅が広がり、検出面の長さ及び光検出手段の長さも大きくしなければならずセンサが小型でなくなってしまう。(3)では、検出面における出射光の幅はほぼ従来と同様となり検出面の長さを長くする必要はないが、幅広い入射角を有する出射光が従来の入射角の出射光と同様な出射光の幅で反射してくることから従来のものと比較して精度が落ちる欠点がある。

【0027】そこで、本発明のまた別の具体例においては、図5及び図6に示すように、検出面に対して異なる入射角を持つように2～5本といった複数の光ファイバ、例えば3本の光ファイバ10a、10b及び10cを光ファイバアレイ11を通して入射面7に取りつけることができる。複数の光ファイバを導波層の入射側に取付け、それぞれの光ファイバに個別に測定範囲を持たせ、それを重ねあわせることにより、測定精度の低下なく測定範囲を広げることができる。例えば、出射光の測定可能範囲の広がり角が各4度の3本の光ファイバを検出面に対して45度、49度、53度の入射角を持つように設定すると、42度～55度までの入射角を設定することができる。測定する際には、被検体油の全反射角(θ_c)に対応した光ファイバを選択すればよい。

【0028】図5には、図2で示したような1回反射型構造の全反射型屈折率センサにおいて、3本の各4度の広がり角をもつ光ファイバの出射光の光軸が検出面8で一点で交わったとき、または光出射面9上の一点で交わったときの模式図をそれぞれ(a)及び(b)に示す。参考までに、この3本分の広がり角に相当する12度の広がり角をもつ光ファイバを1本使用したときの模式図も併せて(c)に示す。このように光ファイバを複数本使用することで、広がり角の大きな1本の光ファイバを使用する場合と比較して出射光の幅を狭くすることができる。特に、光出射面上の1点で交わったとき出射光の幅を狭くとることができる。

【0029】一方、図4に示したような3回反射型構造の全反射型屈折率センサにおいても複数本の光ファイバを使用することができる。この場合は、図6(a)に示すように、各光ファイバ10a、10b及び10cの光軸は検出面8上の一点で交わるようにすることが好ましい。図6(b)は12度の広がり角を持つ1本の光ファイバを使用した場合の全反射模様例を示すが、この場合光出射位置9'が非常に広くなり、場合によっては光出射面から外れる場合さえある。図6(a)のように光ファイバの光軸を検出面上の一点で交わるようにすることにより、光出射位置の範囲を図6(b)の場合より適度に小さくすることができ、測定精度の低下なく測定範囲を広げることができる。

【0030】ここでも、光ファイバの端面形状を半球レンズ状や先球テーパー状に熔融加工やエッチングによって加工することにより変更し、また光ファイバ型レンズ／セルフオックレンズ等の導波層レンズを光入射面に隣り合っ

て或いは導波層内部或いは光出射面近くに設け、また検出面を凹凸状加工することにより屈折率範囲を調整することを妨げるものではない。

【0031】以上のように、本発明においては、全反射型屈折率センサを1本乃至複数本の光ファイバを使用し

できる。本発明においては、導波層屈折率、光入射面角度、光入射面と検出面との相対位置関係、更には光ファイバの数を変更することで測定対象油範囲に応じて屈折率測定範囲を自由に設定することができる。

【0032】光検出器としては、CCD光センサアレイ又はCCD光センサアレイ（1次元CCD光センサアレイ）を配置して光出力を読み取るのが一般的であるが、光出射面に半透明のスクリーンを取付け、スクリーンに投影されるレーザ光を目視により或いはビデオカメラにより監視することもできる。光出射面にチョップと受光器を配置して光出力位置を読み取ることもできる。

【0033】ところで、光出力位置を読み取るに当っては、全反射光の存在及び不存在に対応してその明暗境界を正確に判定することが必要である。明暗境界とは全反射部分とそうでない透過・反射部分との境である。この読み取り精度が導波型屈折率センサの精度に重要な役割を果たしている。明暗境界の判定方法としては、参照光と測定波形の交点により明暗境界を決定することが推奨される。明暗境界においては、フレネル（Fresnel）回折現象が現れ、明暗境界をばかしてしまう。そこで、明暗境界の決定方法としてフレネル回折現象により必ず測定波形は参照光より光量が増加している現象を逆にうまく利用するのが好都合である。すなわち、参照波形と測定波形で光量増加部分に最も近い交点位置を明暗境界として読み取るのが便宜である。図7は、CCD光センサアレイの出力波形であり、参照波形として空気面の反射光量を測定しそして試料として $n-C_{13}H_{28}$ をセルに入れて反射光量を測定した場合の明暗境界位置部分の詳細を示す。中央の7~8 μs 部分は測定波形が参照光よりも光量が増えているところであり、これがフレネル回折現象に起因するものである。この光量増加部分に最も近い交点位置Xが明暗境界として読み取られる。交点位置の決定方法として、（1）直線補間法、（2）多次曲線補間法及び（3）フィッティング法を採用することができる。CCD光センサアレイの場合、多数のCCDピクセルが縦横直線状に並んでおり、その各々が出射される光の量を電圧値として出力する。参照光と測定光とに対する交点近傍の各ピクセルの出力値を例示すれば図8

（a）のようになる。直線補間法の場合には、図8

（b）に示すように、参照光と測定光曲線の交点を挟む両側のピクセル出力を結ぶ直線の案文点でもって交点を決定する。多次曲線補間法の場合には、図8（c）に示すように、交点の付近数点における測定光曲線の多次（2次以上）の回帰曲線と参照光曲線との交点でもって交点を決定する。フィッティング法の場合には、図8

（d）に示すように、参照光と測定光曲線の交点付近の数~数十点のフィッティングカーブを求め、そのフィッティングカーブの方程式を構成する定数から明暗境界を求める。このフィッティングカーブとは、半平面のフレネル回折の理論式を臨界角付近の反射光に適用したものであ

る。図9は半平面のフレネル回折像の強度分布曲線を示す。（2）の多次曲線補間法及び（3）のフィッティング法の適用により（1）の直線補間法より更に精度を高めることができる。

【0034】実際には、参照光と測定光との交点と明暗境界にはずれがあるが、これは演算処理により調整することができる。計測・演算部14において内部の演算式は、CCDピクセル毎の屈折率を規定する項、参照光と測定光曲線の交点を決定する項、及び屈折率の絶対値をシフトするオフセット項を含んでおり、参照光と測定光との交点と明暗境界のずれはオフセット項により補正する。計測・演算部14においては、測定した屈折率の基準温度への温度補正が行われる。

【0035】実際の使用例としては、図3の1回反射型センサ構造の場合、例えば、図10（a）に示すように、導波層基板、光ファイバアレイ、CCD光センサアレイを備えるセンサヘッド部及び被検体油受容部38は円筒型の回動自在に設置されたアルミニウム函体B内に納められる。これらは接着剤により然るべく接着される。測定は、図10（a）上方のセンサがほぼ上方を向く測定位置で行われそして洗浄は図10（b）下方のセンサを寝かせ、試料を空けそして洗浄する洗浄位置で行う。シリコン板で被検体油受容部作製することは、良好な伝熱の確保、シリコンの洗浄・脱油性を利用した汚染防止に好都合である。このセンサの基本仕様の一例は次の通りである：

屈折率測定範囲：1.30~1.50、

屈折率表示：5.5桁（1.nnnnn）、

屈折率測定精度： ± 0.003 、

必要サンプル量：0.2~1.0ml、

データ表示：リアルタイム。

【0036】図11（a）は、第4及び6図の3回反射型構造の屈折率センサを連続測定用に金属外筒41に埋め込んだプローブ40を示す。センサヘッド並びに光ファイバ10及びデジタル信号線13が金属外筒に固定材42により固定される。接液時の光漏れを防止するために、露出する光反射面を金薄膜を端面に蒸着するか導波路よりも低屈折率の材料、例えば接着剤（熱硬化型低屈折率接着剤）、樹脂（シリコン樹脂等）等により被覆する。図11（b）はそのセンサヘッド前端を示す。図11（c）は計測コントロール部を示す。約6度の広がり角度を持つシングルモード用光ファイバは例えばGaAs-AlGaAsレーザ（波長：0.85 μm ）のような半導体レーザ光源43に接続され、そしてデジタル信号線13はインターフェイス回路44を介してマイクロプロセッサ45に接続される。マイクロプロセッサ45が前述した計測・演算部の少なくとも一部を構成する。マイクロプロセッサ43は半導体レーザ光源43に放射指令を送る。最終的に全反射情報が表示装置46に表示される。このセンサの基本仕様の一例は次の通りである：

屈折率測定範囲：1.32～1.50、
屈折率表示：5.5桁（1. nnnnn）、
屈折率測定精度：±0.00005。

【0037】以上説明した通り、導波構造の屈折率計を使用することにより非常に効果的にかつ効率的に油種を判定することができる。導波構造を構築することの意義をまとめると、特に光ファイバを使用して良質な点光源による光入射（1点からの拡散光）を使用し、固定された光路長の確保並びに導波モード側の光拡散の防止（出射端光強度の確保）を実現でき、CCDによる可動部のない明暗境界の検出を達成できることである。

【0038】この油種判別センサを使用して油種を判別する場合、油槽所での油の受入、油槽所からタンクローリーへの払出し、各種工場やガソリンスタンドでの受入と給油時といった各ステージの測定現場でリアルタイム／オンラインで被検体油の屈折率及び温度が測定され、測定した屈折率が基準温度（例えば20℃）に温度補正される。これは計測・演算部において行われる。温度補正した屈折率をあらかじめ準備された基準温度における各種の油種の屈折率を表示する屈折率テーブルと照合することにより被検体油の油種が判定されそして判定した油種が表示される。貯蔵タンクから船舶等への払出し時には、基準屈折率データが添付され、油槽所では屈折率・温度を測定して油種を判定して受け入れ、タンクローリーへの払出し時には、油種を判定して油種／屈折率データを添付し、ガソリンスタンドでの受入時及び自動車への給油時に油種を判定して確認することにより、油種の間違いによる事故を防止することができる。

【0039】

【実施例】図3（a）及び（b）に示した導波構造を有する油種判別センサを作製した。基板21に熱伝導性のよいSi（厚さ：0.5mm）、導波ガラス22としてランタン重フリント系ガラス（LASF）（厚さ：1mm）を用い、この導波ガラスをSi基板でサンドイッチ形に挟み込み、エポキシ系接着剤で張り合せた。光入射面27、検出面28及び光出射面29の各面は光学研磨した。このセンサヘッドに、温度制御手段36としてヒートシンクを載置したペルチェ素子、センサヘッド接液面近傍に温度検出手段37として白金測温抵抗体を取付け、更に入射光ファイバ30として50～125μmグレーテッドインデックス型マルチモード光ファイバ（入射光の広がり角：±4度、入射角：49度、屈折率測定範囲：1.33～1.50）をアレイ31を通して取付けそして光検出素子としてのCCD素子32を光入

射面及び光出射面にそれぞれ取付けた。発光素子にはAlGaAs系850～865nmLEDを用い、また明暗境界を求めるために、CCD素子に接続して計測・演算部（図示省略）を設け、参照光と測定光を演算処理して明暗強化を求めることで屈折率を求め、油種を判別した。検出面上に開口部の拡大した被検体油受容部38を構成するようシリコン板をボックス状に封着した。

【0040】このセンサによる測定結果例を表1及び図12に示す。光源はGaAs-AlGaAsレーザ（波長0.85μm）である。被測定物は、（1）メタノール純液、（2）メタノール＋エタノール混合液、（3）エタノール純液、（4）エタノール＋イソプロパノール混合液、（5）イソプロパノール純液の5種である。5種類の液体の出力波形より求めた明暗位置とアップ屈折率計で測定した屈折率の値を表1に示す。明暗位置（mm）は出力波形を表示するオシログラフ上での位置（μs）からCCD表面での位置に補正した。理論値は光路計算より求めた値である。グラフからわかるように、理論値（実線）と実測値（丸印）とはよく一致している。

【0041】

【表1】

	明暗位置		屈折率
	μs	mm	
メタノール	-100	1.90	1.3306
メタノール＋エタノール	-45	1.13	1.3449
エタノール	30	0.08	1.3598
エタノール＋イソプロパノール	60	-0.34	1.3677
イソプロパノール	95	-0.83	1.3761

【0042】次に、この油種判別センサとアップ屈折計を用いて幾種かの石油製品を計測した結果を表2示す。

【0043】

【表2】

測定サンプル	アッペ屈折計 屈折率	温度 (℃)	導波型屈折計 屈折率	温度 (℃)	備 考
K E R O	1.4344	25	1.4340	25	灯油
2号軽油(中東系)	1.4711	21.3	1.47117	20.2	添加剤なし
2号軽油(中東系)	1.4712	21.2	1.47117	20.2	添加剤
2号軽油(勝利系)	1.4707	21.9	1.47093	20.4	添加剤
3号軽油(中東系)	1.4568	21.0	1.45597	20.1	添加剤
A重油1号	1.4923	21.5	1.49104	20.2	添加剤

【0044】石油製品の幾種かは揮発度が高い。揮発の激しいサンプルはサンプル量が少量であるアッペ屈折計ではすぐに無くなってしまい、測定できない。アッペ屈折計よりサンプル量を多く使い、しかも簡易迅速に測定を行うことができる本発明の油種判別センサではこうした揮発度の高いサンプルでも測定可能である。サンプル注入からの揮発に伴う濃度変化は本発明の油種判別センサの方がアッペ屈折計より遅いので、本発明の方が測定精度も良好である。例えば、アッペ屈折計では、MTBE(メチル・ターシャリー・ブトキシ・エーテル)は揮発が激しく測定不可であったが、本発明油種判別センサでは1.362(24.0℃)として測定可能であった。MTBE+C8(オクタン成分:ガソリン主成分である)においても、揮発の影響のためアッペ屈折計では正しく測定できなかったが、本発明では1.374(23.6℃)として測定できた。

【0045】軽質ガソリンについて、水分の無い状態、白濁した状態及び透明になった状態それぞれについて測定した結果、測定値に特に大きな隔たりは無かった。従って、本発明の油種判別センサは状態変化にも対応性を有する。

【0046】最後に、図13において、本発明の油種判別センサで測定した油種屈折率例をまとめて示しておく。図中1.40付近に示した傾斜曲線は平均的な油の温度係数を示し、その上の直線は灯油の温度依存性を示す。本発明の油種判別センサは小数点以下5桁まで測定可能であるので、この範囲に示されるすべての油種を完全に判別することができる。

【0047】

【発明の効果】ガソリンスタンド、油槽所、タンクローリーにおいて油の受入れや払出しに際して、油種判別センサの導入による何らかのシステム管理を可能とする。更に、複数の光ファイバを導波層の入射側に取付け、それぞれの光ファイバに個別に測定範囲を持たせ、それを重ねあわせることにより、測定精度の低下がなく測定範

囲を広げることができる。また、各光ファイバからの出射光の光軸の交点を導波層の出射面上の1点におけば、出射面に必要な長さは光ファイバからの出射光の広がり角を大きくし光ファイバ1本だけで同じ測定範囲をカバーした場合より短くできる。同様に3回反射型センサの場合、各光ファイバからの出射光の光軸の交点を検出面上の1点におけば検出面に必要な長さは光ファイバ1本だけの場合より短くできる。揮発度の高い油を測定することができる。

【0048】特に、ATAGO社からプロセス屈折率センサPRMシリーズに代表されるようなバルクプリズムを利用した屈折率センサと比較して、

(1)バルクプリズムでは、熱容量が大きく、熱的に安定するまでに時間がかかり、測定時間が長くなる。一方、本発明では、センサ自体が極めて小さく、基板にシリコンのような熱伝導性の良い材料を用いることで短時間で熱的に安定するので、測定時間が短くてすむ。

(2)導波層に光の強度をコア内に閉じ込めることができるので、反射光の光を検出しやすくなる。バルクプリズムでは、光が広がり、検出しがたい。

(3)本発明では、コア層の屈折率を変えたものを作製することが容易であり、広範囲の被測定油の屈折率を測定することができる。

(4)光源としてレーザ光を用いることができる。ランプ光源では、ランプ自体に大きさにより、レンズで平行にしたとはいっても視差がどうしても生じ、検出端(境界)がぼけ、測定精度が低下する。これに対し、本発明ではレーザ光を用い光ファイバを通した光を光源とすることができるので、検出端のぼけの大きさを小さくでき、また明暗境界の一層正確な判定を通して測定精度を向上することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明に従う油種判別センサの原理を説明するため、そのセンサヘッド部分の一具体例の主要部の斜視図である。

【図2】図2(a)は、図1のコアガラス導波層における導波の様相を示す説明図でありそして図2(b)はC D光センサ出射位置と全反射条件(屈折率)を示すグラフである。

【図3】光導波構造は、導波ガラスを基板で挟んだ構造体とした具体例を示し、(a)はその斜視図として(b)はその垂直断面図である。

【図4】3回反射型の本発明屈折率センサのコアガラス導波層の具体例を示す。

【図5】図2で示したような1回反射型構造の全反射型屈折率センサにおいて、3本の光ファイバの出射光の光軸が検出面で一点で交わったときまたは光出射面上の一点で交わったときの模式図をそれぞれ(a)及び(b)に示し、この3本分に相当する光ファイバを1本使用したときの模式図も併せて(c)に示す。

【図6】(a)は3回反射型構造の全反射型屈折率センサにおいて複数本の光ファイバを使用した例を示し、(b)は1本の光ファイバを使用した場合の全反射模様例を示す。

【図7】C C D光センサアレイの出力波形であり、参照波形として空気面の反射光量を測定しそして試料として $n-C_{12}H_{22}$ をセルに入れて反射光量を測定した場合の明暗境界位置部分の詳細を示す。

【図8】(a)は参照光と測定光とに対する交点近傍の各ピクセルの出力値を例示し、(b)は案分点法、(c)は多次曲線補間法、そして(d)はフィッティング法を示す。

【図9】半平面のフレネル回折像の強度分布曲線を示すグラフである。

【図10】実際の測定状態の例を示し。(a)は測定位置を示しそして(b)は洗浄位置を示す。

【図11】(a)は、3回反射型構造の屈折率センサを連続測定用に金属外筒に埋め込んだプローブの断面図、(b)はそのセンサヘッド前端を示しそして(c)は計測コントロール部を示す。

*

*【図12】本発明の油種判別センサで測定した油種屈折率例を示す屈折率と温度の関係を示すグラフである。

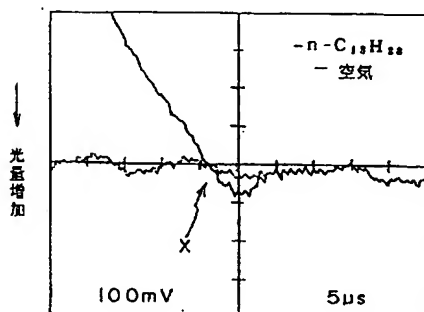
【図13】本発明の油種判別センサで測定した油種屈折率例をまとめて示す屈折率-温度グラフである。

【図14】A T A G O社からプロセス屈折率センサP R Mシリーズに代表される従来技術の一例に従う屈折計の概要図である。

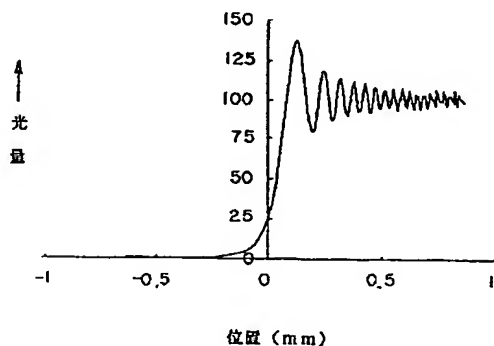
【符号の説明】

- 1、6 基板
- 2 クラッドガラス
- 3、4 コアガラス
- 5 接着剤
- 7、27 光入射面
- 8、28 検出面
- 9、29 光出射面
- M 被検体油
- 10、30 光入射手段(光ファイバ)
- 11、31 アレイ
- 12、32 光検出器
- 13 信号線
- 14 計測・演算部
- 15 光検出手段
- 16、36 温度制御手段
- 17、37 温度検出手段
- 21 基板
- 22 導波ガラス
- 38 被検体油受容部
- B アルミニウム函体
- 41 金属外筒
- 40 プローブ
- 42 固定材
- 43 光源
- 44 インターフェイス回路
- 45 マイクロプロセッサ
- 46 表示装置

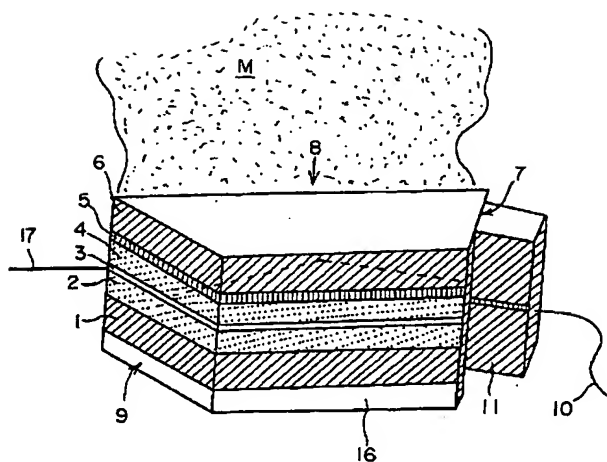
【図7】



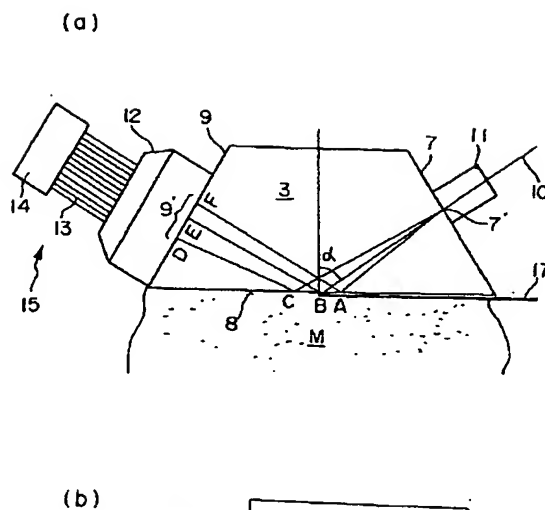
【図9】



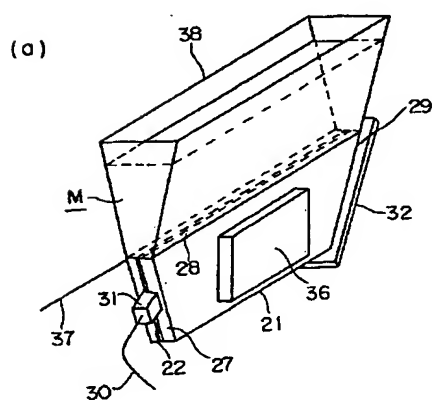
【图 1】



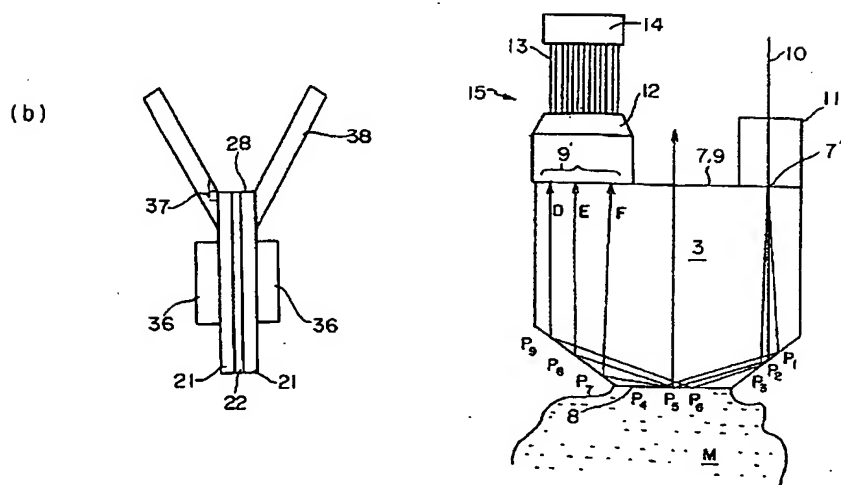
【図 2】



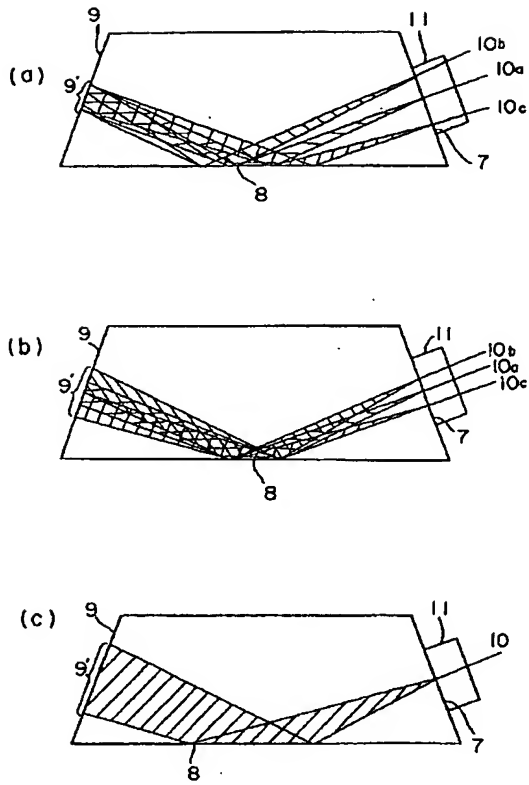
【图3】



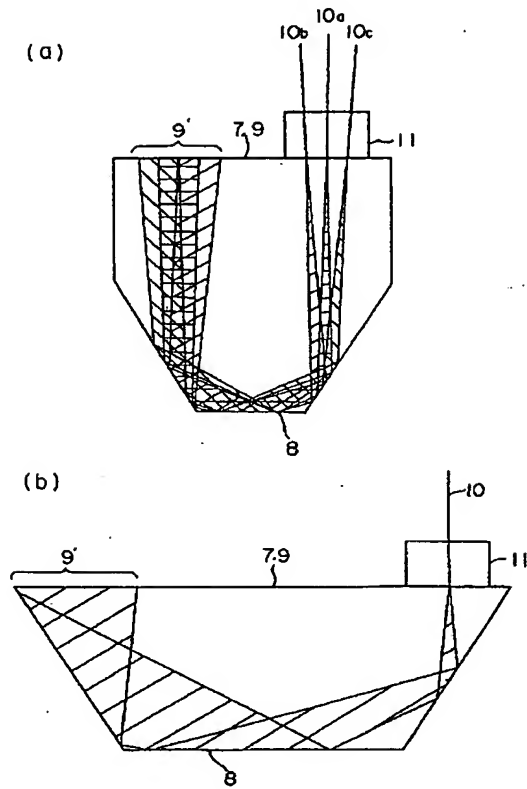
【図4】



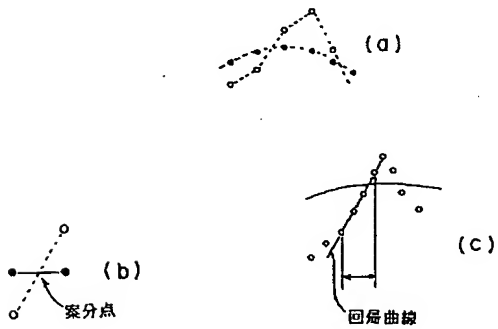
【図5】



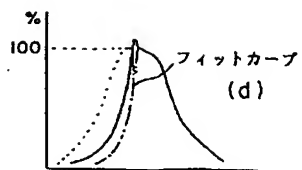
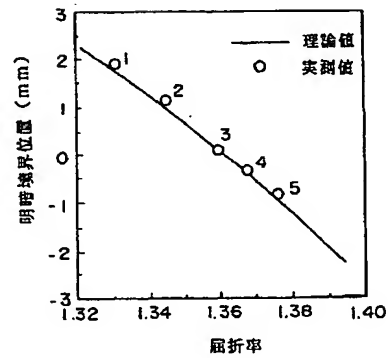
【図6】



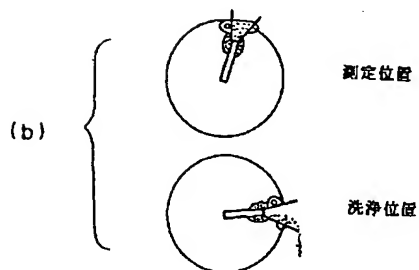
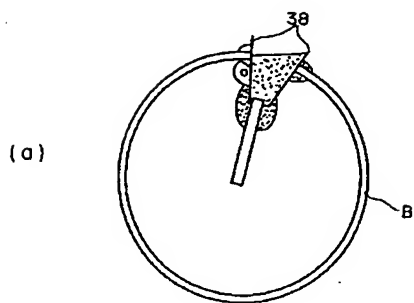
【図8】



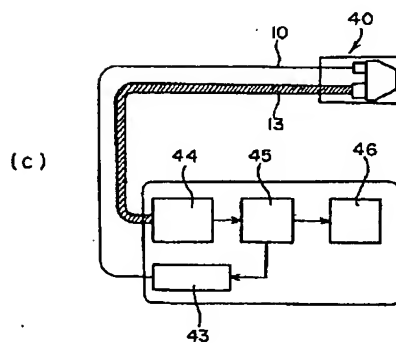
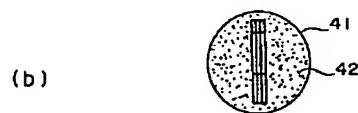
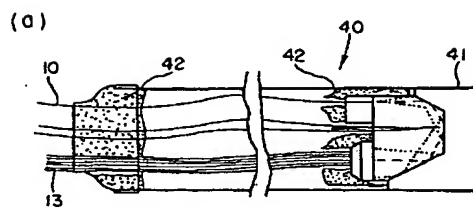
【図12】



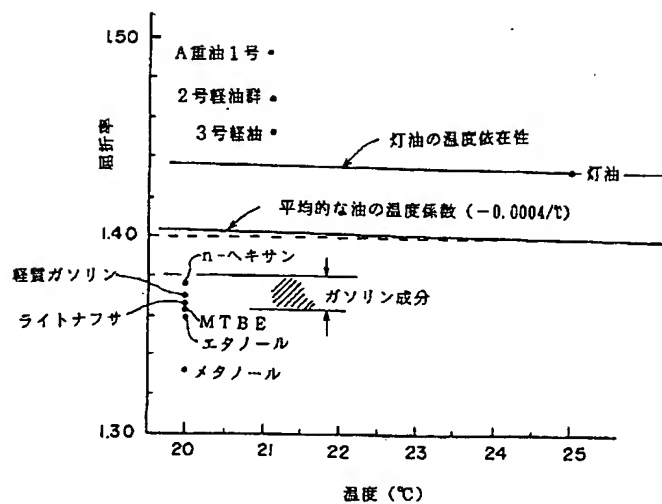
【図10】



【図11】



【図13】



【図14】

